

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.


Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Problem Image Mailbox.**

## MAGNETIC DISC MEDIUM HAVING HIGH RECORDING DENSITY

Patent Number: JP59008141  
Publication date: 1984-01-17  
Inventor(s): OOTA SATOSHI; others: 01  
Applicant(s): NIPPON DENSHIN DENWA KOSHA  
Requested Patent:  JP59008141  
Application Number: JP19820116231 19820706  
Priority Number(s):  
IPC Classification: G11B5/82; H01F10/08  
EC Classification:  
Equivalents: JP1042048B, JP1559475C

### Abstract

**PURPOSE:** To improve the surface accuracy of a magnetic disc, by forming a thin magnetic ferrite film by reaction sputtering and heat treatment on a substrate produced by forming an oxide film on the surface of a single crystal silicon wafer.

**CONSTITUTION:** About 200 Angstrom SiO<sub>2</sub> film 2 is formed on an Si wafer 1 by heating a silicon wafer 1 of, for example, 0.5mm. thickness and 3 inch diameter to oxidize for 100min at 950 deg.C in dry oxygen. The substrate subjected to the oxidation in such a way is kept in an oxygen atmosphere of  $8 \times 10^{-3}$  Torr at 14cc/min gas flow rate, and an Fe-alloy added with 2Co-2Ti-1.5Cu at% of 200phi as a target is heated in a magnetron sputtering device to form the film of alpha-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> at 0.18μ thickness of the SiO<sub>2</sub> film 2 of said substrate. The substrate is heat-treated for 3hr at 285 deg.C in a gaseous hydrogen atmosphere so as to be converted to Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, whereafter the substrate is heated to oxidize in the atmosphere for 3hr at 300 deg.C. A thin ferrite magnetic film 3 or gamma-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> is thus formed.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

## ⑫ 特 許 公 報 (B 2)

平1-42048

⑬ Int. Cl. 4

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公告 平成1年(1989)9月8日

G 11 B 5/66  
5/704  
5/7067350-5D  
7350-5D  
7350-5D

発明の数 1 (全5頁)

⑮ 発明の名称 高記録密度磁気ディスク媒体

⑯ 特 願 昭57-116231

JP-A 59-8141

⑰ 公 開 昭59-8141

⑱ 出 願 昭57(1982)7月6日

⑲ 昭59(1984)1月17日

⑳ 発 明 者 太 田 聡 茨城県那珂郡東海村大字白方字白根162番地 日本電信電話公社茨城電気通信研究所内

㉑ 発 明 者 石 井 修 茨城県那珂郡東海村大字白方字白根162番地 日本電信電話公社茨城電気通信研究所内

㉒ 出 願 人 日本電信電話株式会社 東京都千代田区内幸町1丁目1番6号

㉓ 代 理 人 弁理士 光石 英俊

審 査 官 東 森 秀 朋

1

2

## ㉔ 特許請求の範囲

1 単結晶Siウエハの表面に酸化膜を形成した基板と、上記酸化膜上に反応スパッタとこれにつづく熱処理によつて形成されたフェライト磁性薄膜とからなることを特徴とする高記録密度磁気ディスク媒体。

## 発明の詳細な説明

本発明はLSIの超高密度化に適用される小型な高記録密度磁気ディスク媒体に係る。

従来高記録密度磁気ディスク媒体としてAl-Mg合金基板上に $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>微粒子を塗布したものが用いられてきたが、この塗布媒体は $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>微粒子を基板に密着させるための有機バインダーを混合することが必要であり、そのため、媒体の残留磁束密度(4 $\pi$ Mr)が約800G~1000Gと低いこと、薄膜代については、微粒子の粒径および有機物バインダの存在により約0.8~0.8 $\mu$ m付近が限界と考えられること、また、媒体の表面平滑性に関しては塗布媒体特有の突起があり、これらの点から高密度化に対しては期待が持てなくなった。そのため最近では一層の高密度化を図るため、薄層化が容易であり、4 $\pi$ Mrも2600Gと高くかつ表面平滑性に優れた反応スパッタ法によつて $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の連続薄膜媒体の研究が行なわれるようになった。現在では表面を陽極酸化した210 $\mu$ m $\phi$ のAl-Mg合金基板上に0.17 $\mu$ mの厚さの $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の連続薄膜媒体を形成した磁気ディスク媒体が開発された。この媒体の磁気記録密度は24000bits/mm<sup>2</sup>と従来の塗布式媒体のものに比べ約3倍の高密度化を達成している。

ところで今後の磁気ディスク装置の動向について考えると、近年のデータベースシステムの発達によつて、コンピュータの外部記憶装置の大容量化が望まれ、特に磁気ディスクの需要は急増することが予測される。さらにコンピュータシステムにおいてはCPUなどの本体装置がLSIの超高密度化によつて極めて小型化されたのに比べて、外部記憶装置の小型化はあまり進んでおらず、そのため、コンピュータシステムのコスト・床面積について、外部記憶装置の占める割合が高くなっている。

したがつて、磁気ディスク装置の大容量化や記録ビット当りの価格を下げたり、装置の空間的占有面積を小さくするためにも高記録密度記憶媒体の一層の向上が望まれている。磁気ディスク媒体の一層の高記録密度化のためには、記録媒体の厚みを薄くすること、媒体の磁気特性のうち特に保磁力H<sub>c</sub>を増大させることおよび媒体の表面平滑性を良くして磁気ヘッドの浮上量を小さくすることが最も重要である。

また高密度化に伴つて、1ビット当りの面積が小さくなり、基板の欠陥による記録再生エラーが

問題となる。1990年代に向けて記録密度の目標は  $10^8 \text{ bits}/\text{mm}^2$  以上であるといわれており、この場合 1 ビット当りの占有面積は約  $10 \mu\text{m}^2$  の大きさとなる。したがって仮にスライスレベルを 70% とすると  $3 \mu\text{m}^2$  以上の欠陥はエラーと検出されることになる。

以上述べた  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  の連続薄膜媒体の開発は薄層化と保磁力  $H_c$  の点では解決の見通を与えたが、表面平滑性の点では尚解決されない問題として残った。

即ち従来の  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  連続薄膜媒体の場合は基板としてアルマイト被覆 Al-Mg 合金を用いているため、このアルマイト被覆 Al-Mg 合金基板の特性によって決定されてしまう。このアルマイト被覆 Al-Mg 合金の場合はこの合金中の Fe, Si, Mn 不純物によって形成された金属間化合物によって生ずる直径  $1 \sim 20 \mu\text{m}$ 、深さ  $1 \sim 10 \mu\text{m}$  のへこみがあり、信号エラーの発生の原因となることが指摘された。さらに、 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  の連続薄膜媒体の場合、反応スパッタで  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  もしくは  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  膜を形成後、それを熱処理して  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  とする。例えば反応スパッタで  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  を形成する場合は約  $280^\circ \sim 310^\circ\text{C}$  の還元熱処理による  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  化の過程とこれに引き続く約  $300^\circ\text{C}$  の大気中酸化処理による  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  化過程が必要である。また、反応スパッタで  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  を形成する場合は約  $300^\circ\text{C}$  の大気中酸化処理による  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  化過程が必要である。アルマイト被覆 Al 合金基板の場合、アルマイトと Al 合金との熱膨張係数の値が 3 ～ 5 倍異なることおよび Al 合金の再結晶温度が約  $350^\circ\text{C}$  であることから、前述した熱処理においてアルマイト層にクラックが入ったり、あるいはクラックが入らない場合でも媒体の表面精度が劣化する。したがって媒体に一層の高記録密度化を進めていくうえで、ヘッド浮上量の低減が必要だがこの表面精度の劣化は一つの限界を与えている。そこでこれらの問題を解決するために、 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  連続薄膜媒体用の基板として、Siウエハを用いたものが開発された。Siウエハの場合はへき開面を利用できるので表面精度が前述したアルマイト被覆 Al 合金基板に比べ約 1 桁優れている。また  $1 \mu\text{m}$  以上の欠陥がほとんどなく、さらに耐熱性も優れていることが分った。しかしながら  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  膜という酸化物連続薄膜媒体を Si 基板上

に形成すると、 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  媒体の磁気特性の制御が難しくなり、特性の劣化と作製マージンの低下という問題が生じることが分った。例えば磁気特性については、従来のアルマイト被覆 Al 合金基板で媒体を作製する場合に比べると、磁化履歴曲線の角型性 (S\*) については約 20%、残留磁束密度については約 10 ～ 30% の劣化がみられる。この磁気特性の劣化は作製マージンに密接にかかわっているが、作製マージン例えば  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  から  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  媒体にする還元処理の温度マージンについては従来の約  $50^\circ\text{C}$  から  $10^\circ\text{C}$  に狭められ歩留りの悪さからコスト高のものとなる。

本発明はこれらの欠点を除去し、高密度記録を可能にし、表面精度が優れているばかりでなく、磁気特性ならびに製作性が優れている高記録密度磁気ディスク媒体を提供することを目的とする。

かかる目的を達成した本発明による高記録密度磁気ディスク媒体の構成は、単結晶 Siウエハの表面に酸化膜を形成した基板と、上記酸化膜上に反応スパッタとこれにつづく熱処理によって形成されたフェライト磁性薄膜とからなることを特徴とするものである。

本発明による高記録密度磁気ディスク媒体の実施例を図面に従って説明する。第 1 図に本発明による高記録密度磁気ディスク媒体の断面図を示す。

本発明による実施例では市販されている厚さ  $0.5 \text{ mm}$ 、3 インチ径の Siウエハ 1 を  $950^\circ\text{C}$  で 100 分間、乾燥酸素中で加熱酸化することにより約  $200 \text{ \AA}$  の  $\text{SiO}_2$  膜 2 を Siウエハ 1 上に形成した。かかる酸化処理した基板を  $8 \times 10^{-3} \text{ Torr}$  のガス流量  $14 \text{ cc/分}$  の酸素雰囲気中に保ち、マグネトロンスパッタ装置でターゲットとして  $200 \phi$  の  $2\text{Co}-2\text{Ti}-\text{Cuat}\%$  添加 Fe 合金を加熱し、飛出する鉄分で上記基板の  $\text{SiO}_2$  膜 2 上に  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  の膜を  $0.18 \mu\text{m}$  の厚さに形成した。次いで水素ガス ( $1^\circ\text{C}$  の水でバブリング) 雰囲気中で  $285^\circ\text{C}$  3 時間熱処理を施し  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  に変換した後、更に  $300^\circ\text{C}$  3 時間大気中加熱酸化して  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  のフェライト磁性薄膜 3 を形成した。

また比較のため同一の条件で熱酸化しない Siウエハの上に  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  の媒体層を形成したものを作つた。

第 2 図は本発明による酸化膜上に  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  媒

体を形成したもの（Aカーブ）と比較のためSiウエハ上に $\gamma$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 媒体を形成したもの（Bカーブ）との磁気特性を示した。第2図から明らかなようにSiウエハ上に直接 $\gamma$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 媒体を形成したものを示すBカーブのものは残留磁化（ $4\pi\text{Mr}$ ）が1900Gで角型性（S\*）が0.6であるのに対して、本発明によるSiウエハ1上に $\text{SiO}_2$ 膜2を形成し次いで $\gamma$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ を形成したものを示すAカーブは、残留磁化が2600G、角型性（S\*）は0.86と優れた磁気特性を示した。

また本発明の原理の効果を確認するために、媒体の膜厚方向の組成分析を行なった。その結果を第3図に示す。尚、Siウエハの熱酸化は1000℃、100分行なったものである。第3図で横軸はArエッチングで削りとつていった経過時間で示した媒体の膜厚と、縦軸は横軸に対応した位置での分光分析で得られた酸素の分布強度を示す酸素ピーク値を示す。第3図によれば、 $\text{SiO}_2$ 膜2上の媒体3は、 $\gamma$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 膜中の酸素原子の分布（Aカーブ）は均一であり、またSiウエハ基板上に直接 $\gamma$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ を形成したもの（Bカーブ）に比べて、基板との境界付近での急激な減少もないことが確認された。また、 $\gamma$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ を熱処理して還元するさい還元マージンについての実験を第4図に示した。第4図は、 $\alpha$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 膜を本発明によるSiウエハ上に $\text{SiO}_2$ 膜の上に形成したもの（Aカーブ）と比較のために作られたSiウエハ上に直接形成したもの（Bカーブ）について、水素雰囲気中（1℃の水でバブリング）で260℃から340℃までの各温度で3時間づつ還元した後の膜の比抵抗を2端子法の電気抵抗値から計算で求めて示した。当該方法で作製される酸化鉄の場合、約 $4 \times 10^{-1} \sim 2 \times 10^{-2}$ の比抵抗値が $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 単層膜となつている。第4図のAカーブによつて本発明による $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 膜はおおよそ270℃から320℃までは $\pm 50^\circ\text{C}$ の広い温度範囲にわたつて $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 膜が形成されていることが分る。このことは本発明のものは、還元処理できわめて広い還元マージンを有していることが分る。

第5図はアルマイト被覆Al-Mg合金基板とSi

ウエハ基板を約300Å厚表面熱酸シリコン処理したものとSiウエハ基板とについて表面粗さの熱処理温度依存性についてカーブC、A、Bによつて示した。尚処理時間4時間である。粗さは1mmピッチの粗さで示した。アルマイト被覆Al-Mg合金基板の場合を示すCカーブに示されるように300℃以上から急に粗さが増加することが観察される。Siウエハ上に設けられた表面熱酸化シリコンの場合を示すAカーブは、Siウエハのみの場合を示すBカーブと同様、500℃まで表面粗さの変化は観察されなかつた。尚、本発明の高記録密度磁気ディスク媒体のSi基板の酸化膜の厚みは少くとも50Å以上であればよい。

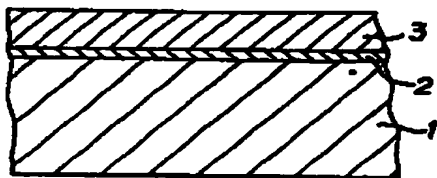
本発明による高記録密度磁気ディスク媒体によれば、従来のアルマイト被覆Al合金基板のものにおける $\alpha$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ の還元処理や $\text{Fe}_3\text{O}_4$ の酸化処理に伴う高温熱処理で媒体表面が粗れを起す表面精度劣化、またアルマイト被覆Al合金中に含まれるFe、Si、Mn等の不純物によるへこみ等に基づく信号エラーの発生等の高密度化への障害を取除き、またSiウエハ基板上に直接フェライト磁性薄膜を形成したものに生ずる媒体磁気特性の劣化や還元マージンの減少を取除くことに成功したものである。本発明によるものは表面精度が著しく優れているためエラー特性の原因を取除き、熱処理での作業マージンを広め生産性を著しく向上したものである。従つて、本発明は将来の超LSIの小型化に備えて適応する高記録密度・小型の経済的な磁気ディスク装置を可能にしたものである。

#### 図面の簡単な説明

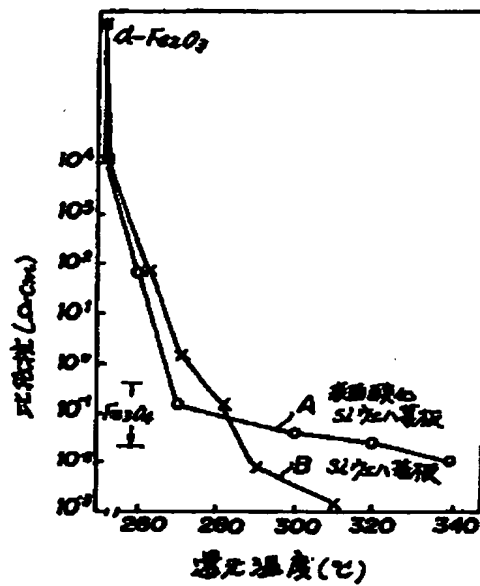
第1図は本発明による高記録密度磁気ディスク媒体の断面図、第2図は第1図に示したものの磁化特性を説明する図、第3図は第1図に示したものの磁性薄膜の厚さ方向の酸素成分を示した図、第4図は $\alpha$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ の $\text{Fe}_3\text{O}_4$ への還元温度による還元度の模様を示した図、第5図は磁性薄膜の熱処理温度と表面粗さの関係を示した図である。

図面中、1はSiウエハ、2は $\text{SiO}_2$ 膜、3はフェライト磁性薄膜である。

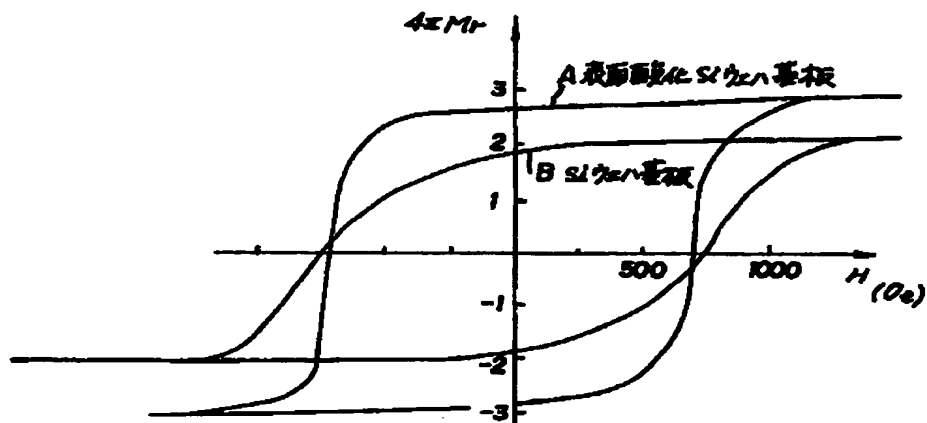
第1図



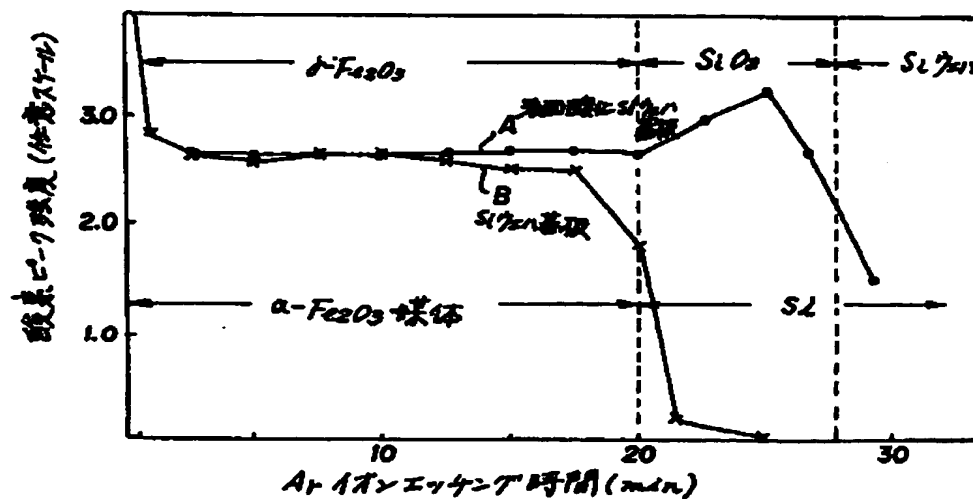
第4図



第2図



第3図



第 5 图

